

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-181476

(43)Date of publication of application : 11.07.1997

(51)Int.Cl.

H05K 9/00
G23C 14/06
H01F 10/16
// G23C 14/35
G23C 14/58

(21)Application number : 07-338404

(71)Applicant : MITSUI MINING & SMELTING CO
LTD

(22)Date of filing : 26.12.1995

(72)Inventor : SHIMADA HIROSHI
KITAGAMI OSAMU
KATO KAZUTERU
RI EITOU

(54) ULTRAFINE-CRYSTALLINE MAGNETIC FILM-MADE RADIO WAVE ABSORBER

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a superior radio wave absorbing characteristic in a high frequency range.

SOLUTION: A radio wave absorber is made of an ultrafine-crystalline magnetic film contg. a ceramic phase and ferromagnetic ultrafine crystal phase. The ceramic phase contains at least two ceramic phase component elements among B, Al, Si, Zr, Hf, Gd and Sm higher than component elements Fe and Co of the ferromagnetic ultrafine crystal phase so as to realize a permeability real part of 0.1 or less, permeability imaginary part/real part of 5 or more and electric resistivity of 500 microohms.cm or more in a frequency range of 10MHz to 10GHz. Using a plurality of the ceramic phase component elements, an ultrafine-crystalline magnetic film-made wave absorber superior in the radio wave absorbing characteristic in a high frequency range can be produced at a lower temp.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 25.07.2002

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

BEST AVAILABLE COPY

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention belongs to an electric-wave absorption technique, and relates to the wave absorber which consists of a super-microcrystal magnetic film which comes to contain a ceramic phase and a super-[ferromagnetic] microcrystal phase especially.

[0002]

[Description of the Prior Art] Multi-functionalization and digitization of electronic equipment are progressing at an increasing tempo with progress of a highly information-oriented society, and an advance of an electronic technique. In connection with this, the electromagnetic interference by leakage of the electromagnetic wave from various electronic equipment poses a problem.

[0003] Then, in order not to generate such an electromagnetic interference, or in order to prevent invasion of a failure electric wave, it is made not to make an electromagnetic wave reveal to the exterior, or covering various electronic equipment etc. with a wave absorber, and preventing invasion of the electric wave from the outside is made.

[0004] As a wave absorber currently used conventionally, magnetic loss ingredients, such as electric conduction loss ingredients, such as rubber and resin, and a ferrite, are mentioned. The frequency band which poses a problem by electronic equipment etc. is a 100MHz - 10GHz high frequency band, and a magnetic loss ingredient is mainly chosen as a wave absorber in this band.

[0005] The magnetic loss ingredient as this wave absorber is asked for thing ** with small and real component μ' of complex permeability, and large imaginary component (delay component) μ'' of complex permeability in order to absorb efficiently that electrical resistivity is large in order to prevent reflection of the electromagnetic wave by the eddy current in a desired RF field, and the electromagnetic wave which carries out incidence.

[0006] In 1GHz, complex permeability real component μ' is 1, and small enough, complex permeability imaginary component μ'' is 3, and since it is not sufficiently large, in order to absorb an electromagnetic wave good, the ferrite used now as a wave absorber which carries out a deer and consists of a magnetic loss ingredient needs the thickness of about 14mm, as it is indicated to be 500ohmm to drawing 8, although electrical resistivity is remarkably large. For this reason, it is difficult, and the amount of application [on the electronic equipment by which it points to a miniaturization] increases too much to apply to the front face of large areas, such as a building, for acid resisting of radar waves or a television broadcasting electric wave, and implementation at the point of costs is difficult for it for it. Furthermore, since a ferrite is an iron system oxide ingredient fundamentally, its specific gravity is as large as about five, and a problem produces it also in respect of weight.

[0007] By the way, the film (super-microcrystal magnetic film) of the hetero granular structure of the gestalt which distributed the super-[ferromagnetic] microcrystal in the ceramic phase is proposed as an ingredient of the magnetic head or a micro MAG device recently.

[0008] As an approach of manufacturing a super-microcrystal magnetic film, a ferromagnetic element and oxygen (O), such as iron (Fe) and cobalt (Co), The amorphous film which carries out the spatter of the ceramic phase configuration element with high compatibility to nitrogen (N) and carbon (C) to these at coincidence, and contains these elements is formed. Subsequently, making a super-[ferromagnetic] microcrystal generate in a ceramic phase by heat-treating this amorphous film, and acquiring 2 phase structures is proposed.

[0009] According to the above super-microcrystal magnetic films, soft magnetism by the super-[ferromagnetic] microcrystal and high electrical resistivity by the ceramic phase are realized, by this, eddy current loss is reduced and the high permeability in a RF field can be realized.

[0010] The deer was carried out, the thing for the magnetic head is most and the super-microcrystal magnetic film studied and proposed conventionally took into consideration sufficient thermal resistance which can be equal to elevated-temperature heat treatment of the glass joining closure in the application etc. Moreover, it is common that one kind of thing is used as a ceramic phase configuration element with high compatibility to O, N, and C in the conventional super-microcrystal magnetic film.

[0011] That is, using a super-microcrystal magnetic film as a wave absorber in a RF field conventionally is not proposed.

[0012] By the way, in case a super-microcrystal magnetic film is used as a wave absorber, it is considered to be required to produce this super-microcrystal magnetic film for example, on an

organic film. For that purpose, it is required that the temperature in a membrane formation time or the case of subsequent heat treatment should be the low temperature below the heat-resistant temperature (for example, 350 degrees C) of an organic film.

[0013] This invention aims at offering the wave absorber excellent in the electric-wave absorption property in a RF field.

[0014] Furthermore, this invention aims at offering the wave absorber which consists of a super-microcrystal magnetic film excellent in the electric-wave absorption property in a RF field.

[0015] Furthermore, this invention enables it to manufacture the wave absorber which consists of a super-microcrystal magnetic film excellent in the electric-wave absorption property in a RF field under comparatively low temperature, and aims at closing production of the super-microcrystal magnetic film wave absorber on heat-resistant low base materials, such as an organic film, comparatively, in this way, if .

[0016]

[Means for Solving the Problem] As what attains the purpose like **** according to this invention, it is the wave absorber which consists of a super-microcrystal magnetic film which comes to contain a ceramic phase and a super-[ferromagnetic] microcrystal phase, and wave-absorber ** characterized by constituting said ceramic phase including at least 1 of oxygen, nitrogen, and carbon and a ceramic phase configuration element higher than the element with which the compatibility over these constitutes said super-[ferromagnetic] microcrystal phase is offered.

[0017] Moreover, according to this invention, it is the wave absorber which consists of a super-microcrystal magnetic film which comes to contain a ceramic phase and a super-[ferromagnetic] microcrystal phase as what attains the purpose like ****. Said ceramic phase Oxygen, By constituting using at least 1 of nitrogen and carbon, and the ceramic phase configuration element which is affinitive to these Wave-absorber ** which makes it the description as it becomes impossible to realize 0.1 or less value of a permeability real component and more than electrical resistivity 500 [muomegacm] in the frequency in a 10MHz - 10GHz field is offered.

[0018] This invention sets like 1 voice and it becomes impossible that it is made to realize the condition that the value of a permeability imaginary component / permeability real component becomes 50 or more still more preferably ten or more preferably five or more in the frequency in a 10MHz - 10GHz field.

[0019] Electrical resistivity is 105. It is below [muomegacm] and a permeability imaginary component is 2000 or less [5 or more].

[0020] This invention sets like 1 voice and said ceramic phase is constituted, including said ceramic phase configuration element two or more.

[0021] This invention sets like 1 voice and said ceramic phase configuration element is boron, aluminum, silicon, a zirconium, a hafnium, a gadolinium, or samarium.

[0022] This invention sets like 1 voice and said ceramic phase is constituted including at least one of boron, aluminum, silicon, a zirconium, a hafnium, a gadolinium, or samarium.

[0023] This invention sets like 1 voice and said super-[ferromagnetic] microcrystal phase is constituted including at least one of iron and cobalt.

[0024]

[Function] The super-microcrystal magnetic film which comes to contain a ceramic phase and a super-[ferromagnetic] microcrystal phase is used as a wave absorber. By constituting the ceramic phase of this super-microcrystal magnetic film using at least 1 of oxygen, nitrogen, and carbon, and the ceramic phase configuration element which is affinitive to these In the frequency in a 10MHz - 10GHz field, it is five or more values of a permeability imaginary component / permeability real component in 0.1 or less value of a permeability real component, and the wave absorber more than electrical resistivity 500 [muomegacm] can be obtained. According to this, the outstanding electric-wave absorption property in a RF field is acquired.

[0025] Especially, with constituting a ceramic phase from oxygen, nitrogen, and at least 1 of carbon, and at least two ceramic phase configuration elements with the high compatibility over these in manufacture of the above-mentioned super-microcrystal magnetic film, even if it heat-treats at the comparatively low temperature of 350 degrees C or less, a wave absorber with the outstanding electric-wave absorption property in a RF field can be obtained. This becomes producible [the super-microcrystal magnetic film wave absorber on heat-resistant low base materials, such as an organic film,] comparatively.

[0026] According to the wave absorber of this invention, in a RF field, since electrical resistivity is large, reflection of the electromagnetic wave by the eddy current can be prevented, since real

component μ' of complex permeability is still smaller and imaginary component (delay component) μ'' of complex permeability is large, an incidence electromagnetic wave can be absorbed efficiently, and the outstanding electric-wave absorption property is acquired.

[0027]

[The gestalt and example] of implementation of invention Hereafter, the gestalt and example of operation of this invention are explained, referring to a drawing.

[0028] In addition, it measures below, respectively with the X-ray diffraction method which used [data / of a magnetic property / electrical resistivity] CuK alpha rays about a membranous crystal phase and the membranous diameter of average crystal grain with the direct-current four probe method by VSM (oscillating sample mold fluxmeter). Measurement of permeability was performed with the one turn coil magnetization method.

[0029] (1) The :membrane formation equipment; RF magnetron sputtering equipment target which used the RF magnetron sputtering method on this substrate, and manufactured magnetic films, such as a super-microcrystal magnetic film, as follows, using slide glass (Matsunami # 7059) as a substrate; it is B-2 O3 to Fe 99.99%. A chip and aluminum 2O3 Thing membrane formation conditions of having carried the chip;

Ultimate-pressure force $< 2 \times 10^{-6}$ [Torr]

Argon pressure = 4 [mTorr]

Membrane formation rate = 30-80 [$\text{\AA}/\text{min}$]

Heat treatment conditions;

Ultimate-pressure force $< 5 \times 10^{-6}$ [Torr]

It is pressure $< 1 \times 10^{-5}$ [Torr] at the time of processing.

Processing time = 1 [time amount]

Direct-current magnetic field = 500 [Oe].

[0030] Change of the saturation magnetization (4piMs) of the magnetic film obtained when changing the temperature in the case of the above-mentioned heat treatment (annealing temperature Ta), coercive force (Hc), and electrical resistivity (rho) is shown in drawing 1 . Moreover, the X diffraction pattern of the magnetic film obtained on each heat treatment condition is shown in drawing 2 .

[0031] Drawing 2 shows that crystallization arises in the annealing temperature of 200 degrees C (formation of a super-microcrystal magnetic film), and the peak core serves as a location of alpha-Fe although it is amorphous immediately after membrane formation. This is imagined to be that in which the discharge of the deposit of alpha-Fe, the ceramic configuration element in Fe, and oxygen has already begun from 200-degree C low temperature.

[0032] Saturation magnetization 4piMs of the electrical resistivity rho of the super-microcrystal magnetic film which the annealing temperature from which coercive force Hc serves as the minimum is 250 degrees C, and is obtained from drawing 1 in that case was 9.81 [kG] in 2100 [muomegacm].

[0033] In addition, the presentation of the obtained super-microcrystal magnetic film was Fe53-B4-aluminum16-O27 in the atomic ratio.

[0034] The frequency (Frequency) dependency of the permeability (Permeability) of this super-microcrystal magnetic film is shown in drawing 3 . In a 970MHz - 1.1GHz RF field, permeability real component μ' is remarkably [as 0.1 or less] small, and permeability imaginary component μ'' is five or more, and drawing 3 shows that μ''/μ' is remarkably [as 50 or more] large.

[0035] As mentioned above, the wave absorber with which even about 1mm thickness consists of a super-microcrystal magnetic film of high electrical resistivity and high electric-wave absorptivity in a RF field by sufficient low-temperature heat treatment was realizable.

[0036] (2) At the time of a spatter, it is aluminum 2O3 to Fe 99.99% as a target. The magnetic film was manufactured like the above except using what carried only the chip.

[0037] Change of the saturation magnetization (4piMs) of the magnetic film obtained when changing the temperature in the case of the above-mentioned heat treatment (annealing temperature Ta), coercive force (Hc), and electrical resistivity (rho) is shown in drawing 4 . Moreover, the X diffraction pattern of the magnetic film obtained on each heat treatment condition is shown in drawing 5 .

[0038] The crystal phase with an average crystal particle size of about 40A has already deposited since immediately after membrane formation, this crystal phase is almost the same to the annealing temperature of 400 degrees C, and drawing 5 shows that crystal growth is controlled. Moreover, while annealing temperature increases, it turns out that a peak core approaches alpha-

Fe (110). This is imagined to be that by which alpha-Fe deposits with the increment in annealing temperature, and the ceramic configuration element and oxygen in Fe are breathed out.

[0039] Although the annealing temperature to which coercive force H_c serves as the minimum from drawing 4 is 400 degrees C, comparatively low coercive force is acquired in 250-350 degrees C. The electrical resistivity ρ of the super-microcrystal magnetic film which is obtained in the case of 250-350-degree C annealing temperature is about 2000-4000 [$\mu\Omega\text{cm}$].

[0040] In addition, the presentation of the obtained super-microcrystal magnetic film was Fe₄₉-aluminum₁₇-O₃₄ in the atomic ratio.

[0041] Saturation magnetization $4\pi M_s$ of the electrical resistivity ρ of the super-microcrystal magnetic film with which annealing temperature is obtained at 400 degrees C was 8.82 [kG] in about 1000 [$\mu\Omega\text{cm}$]. The frequency (Frequency) dependency of the permeability (Permeability) of this super-microcrystal magnetic film is shown in drawing 6. In a 930MHz - 1.1GHz RF field, permeability real component μ' is remarkably [as 0.1 or less] small, and permeability imaginary component μ'' is five or more, and drawing 6 shows that μ''/μ' is remarkably [as 50 or more] large.

[0042] As mentioned above, the wave absorber with which even about 1mm thickness consists of a super-microcrystal magnetic film of high electrical resistivity and high electric-wave absorptivity in a RF field by low-temperature heat treatment was realizable.

[0043] (3) Set in the above example and it is B-2 O₃. When BN and B₄C are used instead, it is aluminum₂O₃. The same result was obtained, when the nitride and carbide of aluminum were used instead, and also when silicon (Si), a zirconium (Zr), a hafnium (Hf), a gadolinium (Gd), and samarium (Sm) were used instead of aluminum.

[0044] (4) At the time of a spatter, it is Gd₂O₃ to Fe 99.99% as a target. The magnetic film was manufactured like the above except using what carried only the chip. Annealing temperature was made into 350 degrees C.

[0045] The presentation of the obtained super-microcrystal magnetic film was Fe₇₀-Gd₁₀-O₂₀ in the atomic ratio, and electrical resistivity ρ was about 1000 [$\mu\Omega\text{cm}$].

[0046] The frequency (Frequency) dependency of the permeability (Permeability) of this super-microcrystal magnetic film is shown in drawing 7. In a 900MHz - 2.3GHz RF field, permeability real component μ' is remarkably [as 0.1 or less] small, and permeability imaginary component μ'' is five or more, and drawing 7 shows that μ''/μ' is remarkably [as 50 or more] large.

[0047] As mentioned above, the wave absorber with which even about 1mm thickness consists of a super-microcrystal magnetic film of high electrical resistivity and high electric-wave absorptivity in a RF field by sufficient low-temperature heat treatment was realizable.

[0048]

[Effect of the Invention] As mentioned above, according to this invention, the wave absorber which consists of a super-microcrystal magnetic film excellent in the electric-wave absorption property in a RF field is offered.

[0049] Furthermore, according to this invention, production of the super-microcrystal magnetic film wave absorber on heat-resistant low base materials, such as an organic film, is attained [that the wave absorber which consists of a super-microcrystal magnetic film which was excellent in the electric-wave absorption property in a RF field constituting a ceramic phase from oxygen, nitrogen, and at least 1 of carbon and at least two ceramic phase configuration elements with the high compatibility over these can be manufactured under comparatively low temperature, and] comparatively in this way.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-181476

(43) 公開日 平成9年(1997)7月11日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
H 0 5 K 9/00			H 0 5 K 9/00	M
C 2 3 C 14/06			C 2 3 C 14/06	T
H 0 1 F 10/16			H 0 1 F 10/16	
// C 2 3 C 14/35			C 2 3 C 14/35	Z
14/58			14/58	A
審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 6 頁)				

(21) 出願番号 特願平7-338404

(22) 出願日 平成7年(1995)12月26日

特許法第30条第1項適用申請有り 平成7年8月29日
 社団法人電気学会主催の「マグネティックス研究会」に
 おいて文書をもって発表

(71) 出願人 000006183

三井金属鉱業株式会社

東京都中央区日本橋室町2丁目1番1号

(72) 発明者 島田 寛

宮城県仙台市青葉区桜ヶ丘7丁目37-10

(72) 発明者 北上 修

宮城県仙台市泉区館1丁目6-16

(72) 発明者 加藤 和照

宮城県仙台市太白区門前町4-2 大年寺

コーポ1-F

(72) 発明者 李 衛東

宮城県仙台市宮城野区幸町5-5

(74) 代理人 弁理士 山下 稔平

(54) 【発明の名称】 超微結晶磁性膜からなる電波吸収体

(57) 【要約】

【課題】 高周波領域における電波吸収特性に優れた超微結晶磁性膜からなる電波吸収体を提供する。

【解決手段】 セラミックス相と強磁性超微結晶相とを含んでなる超微結晶磁性膜からなる電波吸収体であって、セラミックス相がO, N, Cのうちの少なくとも1つとこれらに対する親和性が強磁性超微結晶相を構成する元素Fe, Coよりも高い少なくとも2つのセラミックス相構成元素B, Al, Si, Zr, Hf, Gd, Smとを含んで構成されており、10MHz~10GHzの領域内の周波数において透磁率実数成分の値0.1以下且つ透磁率虚数成分/透磁率実数成分の値5以上且つ電気抵抗率500 [$\mu\Omega\text{cm}$] 以上を実現できる様にした。セラミックス相構成元素を複数用いることで、高周波領域における電波吸収特性に優れた超微結晶磁性膜からなる電波吸収体を比較的低い温度下で製造できる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 セラミックス相と強磁性超微結晶相とを含んでなる超微結晶磁性膜からなる電波吸収体であつて、前記セラミックス相が酸素、窒素及び炭素のうちの少なくとも1つとこれらに対する親和性が前記強磁性超微結晶相を構成する元素よりも高いセラミックス相構成元素とを含んで構成されていることを特徴とする、電波吸収体。

【請求項2】 セラミックス相と強磁性超微結晶相とを含んでなる超微結晶磁性膜からなる電波吸収体であつて、前記セラミックス相を酸素、窒素及び炭素のうちの少なくとも1つとこれらに対し親和性のあるセラミックス相構成元素とを用いて構成することによって10MHz～10GHzの領域内の周波数において透磁率実数成分の値0.1以下且つ電気抵抗率500 [$\mu\Omega\text{cm}$]以上を実現できる様にしてなることを特徴とする、電波吸収体。

【請求項3】 10MHz～10GHzの領域内の周波数において透磁率虚数成分／透磁率実数成分の値が5以上となる状態を実現できる様にしてなることを特徴とする、請求項2に記載の電波吸収体。

【請求項4】 前記セラミックス相は前記セラミックス相構成元素を複数含んで構成されていることを特徴とする、請求項1～3のいずれかに記載の電波吸収体。

【請求項5】 前記セラミックス相構成元素はホウ素、アルミニウム、シリコン、ジルコニウム、ハフニウム、ガドリニウムまたはサマリウムであることを特徴とする、請求項1～4のいずれかに記載の電波吸収体。

【請求項6】 前記セラミックス相はホウ素とアルミニウム、シリコン、ジルコニウム、ハフニウム、ガドリニウムまたはサマリウムのうちの少なくとも1つとを含んで構成されていることを特徴とする、請求項5に記載の電波吸収体。

【請求項7】 前記強磁性超微結晶相は鉄及びコバルトのうちの少なくとも1つを含んで構成されていることを特徴とする、請求項1～6のいずれかに記載の電波吸収体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、電波吸収技術に属するものであり、特にセラミックス相と強磁性超微結晶相とを含んでなる超微結晶磁性膜からなる電波吸収体に関する。

【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】 高度情報化社会の進展と電子技術の進歩に伴い、電子機器の多機能化やデジタル化が加速度的に進んでいる。これに伴い、各種電子機器からの電磁波の漏洩による電波障害が問題となっている。

【0003】 そこで、このような電波障害を発生させな

いため或は障害電波の侵入を防止するために、各種電子機器などを電波吸収体により覆って電磁波を外部へと漏洩させない様にしたり或は外部からの電波の侵入を阻止することがなされている。

【0004】 従来使用されている電波吸収体としては、ゴムや樹脂等の導電損失材料やフェライト等の磁性損失材料が挙げられる。電子機器等で問題となる周波数帯域は100MHz～10GHzの高周波帯域であり、この帯域では主として磁性損失材料が電波吸収体として選択される。

【0005】 この電波吸収体としての磁性損失材料には、所望の高周波領域で、渦電流による電磁波の反射を防止するために電気抵抗率が大きいこと、及び入射する電磁波を効率よく吸収するために複素透磁率の実数成分 μ' が小さく且つ複素透磁率の虚数成分（遅れ成分） μ'' が大きいこと、が求められる。

【0006】 しかし、磁性損失材料からなる電波吸収体として現在用いられているフェライトは、電気抵抗率が500 Ωm と著しく大きいものの、図8に示されている様に、例えば1GHzにおいて複素透磁率実数成分 μ' が1であり十分小さくはなく且つ複素透磁率虚数成分 μ'' が3であり十分大きくはないため電磁波を良好に吸収するためには約14mmもの厚さを必要とする。このため、小型化が指向される電子機器への適用は困難であり、またレーダー電波やテレビジョン放送電波の反射防止のために建築物などの大面積の表面に適用するには量が多くなり過ぎて費用の面で実現困難である。更に、フェライトは基本的に鉄系酸化物材料であるため比重が5程度と大きく、重量の点でも問題が生ずる。

【0007】 ところで、最近、磁気ヘッドやマイクロ磁気デバイスの材料として、強磁性超微結晶をセラミックス相中に分散した形態のヘテログラニューラー構造の膜（超微結晶磁性膜）が提案されている。

【0008】 超微結晶磁性膜を製造する方法としては、鉄（Fe）やコバルト（Co）等の強磁性元素ならびに酸素（O）、窒素（N）及び炭素（C）とこれらに対し親和性の高いセラミックス相構成元素とを同時にスパッタしてこれら元素を含むアモルファス膜を成膜し、次いで該アモルファス膜を熱処理することでセラミックス相中に強磁性超微結晶を生成させ2相構造を得ることが提案されている。

【0009】 以上の様な超微結晶磁性膜によれば、強磁性超微結晶による軟磁性とセラミックス相による高電気抵抗率とを実現し、これによって渦電流損失を低減して高周波領域での高透磁率を実現できる。

【0010】 しかし、従来より研究及び提案されている超微結晶磁性膜は、磁気ヘッドのためのものが大部分であり、その用途におけるガラス溶着封止等の高温熱処理に耐え得る十分な耐熱性を考慮したものであった。また、従来の超微結晶磁性膜では、O、N及びCに対し親

和性の高いセラミックス相構成元素としては1種類のものが用いられているのが一般的である。

【0011】即ち、従来、超微結晶磁性膜を高周波領域での電波吸収体として利用することは提案されていない。

【0012】ところで、超微結晶磁性膜を電波吸収体として利用する際には、該超微結晶磁性膜を例えば有機フィルム上に作製することが要求されると考えられる。そのためには、成膜時点あるいはその後の熱処理の際の温度が有機フィルムの耐熱温度（例えば350℃）以下の低温であることが要求される。

【0013】本発明は、高周波領域における電波吸収特性に優れた電波吸収体を提供することを目的とするものである。

【0014】更に、本発明は、高周波領域における電波吸収特性に優れた超微結晶磁性膜からなる電波吸収体を提供することを目的とするものである。

【0015】更に、本発明は、高周波領域における電波吸収特性に優れた超微結晶磁性膜からなる電波吸収体を比較的低い温度で製造できる様にし、かくして有機フィルム等の比較的耐熱性の低い基材上での超微結晶磁性膜電波吸収体の作製を可能ならしめることを目的とするものである。

【0016】

【課題を解決するための手段】本発明によれば、以上の如き目的を達成するものとして、セラミックス相と強磁性超微結晶相とを含んでなる超微結晶磁性膜からなる電波吸収体であって、前記セラミックス相が酸素、窒素及び炭素のうちの少なくとも1つとこれらに対する親和性が前記強磁性超微結晶相を構成する元素よりも高いセラミックス相構成元素とを含んで構成されていることを特徴とする、電波吸収体、が提供される。

【0017】また、本発明によれば、以上の如き目的を達成するものとして、セラミックス相と強磁性超微結晶相とを含んでなる超微結晶磁性膜からなる電波吸収体であって、前記セラミックス相を酸素、窒素及び炭素のうちの少なくとも1つとこれらに対し親和性のあるセラミックス相構成元素とを用いて構成することによって10MHz～10GHzの領域内の周波数において透磁率実数成分の値0.1以下且つ電気抵抗率500 [$\mu\Omega\cdot\text{cm}$]以上を實現できる様にすることを特徴とする、電波吸収体、が提供される。

【0018】本発明の一態様においては、10MHz～10GHzの領域内の周波数において透磁率虚数成分/透磁率実数成分の値が5以上好ましくは10以上更に好ましくは50以上となる状態を實現できる様にしている。

【0019】電気抵抗率は例えば10⁵ [$\mu\Omega\cdot\text{cm}$]以下であり、透磁率虚数成分は例えば5以上2000以下である。

【0020】本発明の一態様においては、前記セラミックス相は前記セラミックス相構成元素を複数含んで構成されている。

【0021】本発明の一態様においては、前記セラミックス相構成元素はホウ素、アルミニウム、シリコン、ジルコニウム、ハフニウム、ガドリニウムまたはサマリウムである。

【0022】本発明の一態様においては、前記セラミックス相はホウ素とアルミニウム、シリコン、ジルコニウム、ハフニウム、ガドリニウムまたはサマリウムのうちの少なくとも1つとを含んで構成されている。

【0023】本発明の一態様においては、前記強磁性超微結晶相は鉄及びコバルトのうちの少なくとも1つを含んで構成されている。

【0024】

【作用】セラミックス相と強磁性超微結晶相とを含んでなる超微結晶磁性膜を電波吸収体として利用し、該超微結晶磁性膜のセラミックス相を酸素、窒素及び炭素のうちの少なくとも1つとこれらに対し親和性のあるセラミックス相構成元素とを用いて構成することによって、10MHz～10GHzの領域内の周波数において透磁率実数成分の値0.1以下で透磁率虚数成分/透磁率実数成分の値5以上で且つ電気抵抗率500 [$\mu\Omega\cdot\text{cm}$]以上の電波吸収体を得ることができ、これによれば高周波領域における優れた電波吸収特性が得られる。

【0025】特に、上記超微結晶磁性膜の製造において、セラミックス相を、酸素、窒素及び炭素のうちの少なくとも1つとこれらに対する親和性の高い少なくとも2つのセラミックス相構成元素とから構成することで、350℃以下の比較的低い温度で熱処理しても、高周波領域における優れた電波吸収特性をもつ電波吸収体を得ることができる。これにより、有機フィルム等の比較的耐熱性の低い基材上での超微結晶磁性膜電波吸収体の作製が可能となる。

【0026】本発明の電波吸収体によれば、高周波領域で、電気抵抗率が大きいので渦電流による電磁波の反射を防止でき、更に複素透磁率の実数成分 μ' が小さく且つ複素透磁率の虚数成分（遅れ成分） μ'' が大きいので入射電磁波を効率よく吸収することができ、優れた電波吸収特性が得られる。

【0027】

【発明の実施の形態及び実施例】以下、図面を参照しながら本発明の実施の形態及び実施例を説明する。

【0028】尚、以下において、磁気的特性のデータについてはVSM（振動試料型磁束計）により、電気抵抗率については直流四端子法により、膜の結晶相と平均結晶粒径についてはCuK α 線を用いたX線回折法により、それぞれ測定したものである。透磁率の測定はワターン・コイル法により行なった。

【0029】（1）基板としてスライドガラス（松浪製

#7059)を用い、該基板上に、RFマグネトロンスパッタ法を用いて、次の様にして超微結晶磁性膜等の磁性膜を製造した：

成膜装置：RFマグネトロンスパッタ装置

ターゲット：99.99%FeにB₂O₃チップ及びAl₂O₃チップを載せたもの

成膜条件：

到達圧力 $<2 \times 10^{-6}$ [Torr]

アルゴン圧力=4 [mTorr]

成膜速度=30~80 [Å/min]

熱処理条件：

到達圧力 $<5 \times 10^{-6}$ [Torr]

処理時圧力 $<1 \times 10^{-5}$ [Torr]

処理時間=1 [時間]

直流磁場=500 [Oe]。

【0030】上記熱処理の際の温度（アニール温度T_a）を変化させた場合に得られる磁性膜の飽和磁化（4πMs）、保磁力（H_c）及び電気抵抗率（ρ）の変化を図1に示す。また、図2には、それぞれの熱処理条件で得られた磁性膜のX線回折パターンを示す。

【0031】図2から、成膜直後はアモルファスであるが、アニール温度200℃では結晶化が生じ（超微結晶磁性膜化）、ピーク中心がα-Feの位置となることがわかる。これは、200℃の低温から既にα-Feの析出とFe中のセラミックス構成元素と酸素の吐出しが始まっているものと推察される。

【0032】図1から、保磁力H_cが最低となるアニール温度は250℃であり、その際に得られる超微結晶磁性膜の電気抵抗率ρは2100 [μΩcm]で飽和磁化4πMsは9.81 [kG]であった。

【0033】尚、得られた超微結晶磁性膜の組成は原子比でFe₅₃-B₄-Al₁₆-O₂₇であった。

【0034】この超微結晶磁性膜の透磁率（Permeability）の周波数（Frequency）依存性を、図3に示す。図3から、970MHz~1.1GHzの高周波領域において、透磁率実数成分μ'が0.1以下と著しく小さく、且つ透磁率虚数成分μ''が5以上であり、μ''/μ'が50以上と著しく大きいことがわかる。

【0035】以上の様に、十分な低温熱処理にて、1mm程度の膜厚でも高周波領域にて高電気抵抗率且つ高電波吸収性の超微結晶磁性膜からなる電波吸収体を実現することができた。

【0036】（2）スパッタ時に、ターゲットとして99.99%FeにAl₂O₃チップのみを載せたものを使用する以外は上記と同様にして磁性膜を製造した。

【0037】上記熱処理の際の温度（アニール温度T_a）を変化させた場合に得られる磁性膜の飽和磁化（4πMs）、保磁力（H_c）及び電気抵抗率（ρ）の変化を図4に示す。また、図5には、それぞれの熱処理条件

で得られた磁性膜のX線回折パターンを示す。

【0038】図5から、成膜直後から既に平均結晶粒径約40Åの結晶相が析出しており、この結晶相はアニール温度400℃まで殆ど同じであり結晶成長が抑制されていることがわかる。また、アニール温度が増加するとともに、ピーク中心がα-Fe（110）に近付いていくことがわかる。これは、アニール温度の増加に伴ってα-Feが析出しFe中のセラミックス構成元素と酸素が吐出されているものと推察される。

【0039】図4から、保磁力H_cが最低となるアニール温度は400℃であるが、250~350℃において比較的低い保磁力が得られる。アニール温度250~350℃の場合に得られる超微結晶磁性膜の電気抵抗率ρは約2000~4000 [μΩcm]である。

【0040】尚、得られた超微結晶磁性膜の組成は原子比でFe₄₉-Al₁₇-O₃₄であった。

【0041】アニール温度は400℃で得られる超微結晶磁性膜の電気抵抗率ρは約1000 [μΩcm]で飽和磁化4πMsは8.82 [kG]であった。この超微結晶磁性膜の透磁率（Permeability）の周波数（Frequency）依存性を、図6に示す。図6から、930MHz~1.1GHzの高周波領域において、透磁率実数成分μ'が0.1以下と著しく小さく、且つ透磁率虚数成分μ''が5以上であり、μ''/μ'が50以上と著しく大きいことがわかる。

【0042】以上の様に、低温熱処理にて、1mm程度の膜厚でも高周波領域にて高電気抵抗率且つ高電波吸収性の超微結晶磁性膜からなる電波吸収体を実現することができた。

【0043】（3）以上の実施例において、B₂O₃の代わりにBNやB₄Cを用いた場合、Al₂O₃の代わりにAlの窒化物や炭化物を用いた場合、及び、Alの代わりにシリコン（Si）やジルコニウム（Zr）やハフニウム（Hf）やガドリニウム（Gd）やサマリウム（Sm）を用いた場合にも同様の結果が得られた。

【0044】（4）スパッタ時に、ターゲットとして99.99%FeにGd₂O₃チップのみを載せたものを使用する以外は上記と同様にして磁性膜を製造した。アニール温度は350℃とした。

【0045】得られた超微結晶磁性膜の組成は原子比でFe₇₀-Gd₁₀-O₂₀であり、電気抵抗率ρは約1000 [μΩcm]であった。

【0046】この超微結晶磁性膜の透磁率（Permeability）の周波数（Frequency）依存性を、図7に示す。図7から、900MHz~2.3GHzの高周波領域において、透磁率実数成分μ'が0.1以下と著しく小さく、且つ透磁率虚数成分μ''が5以上であり、μ''/μ'が50以上と著しく大きいことがわかる。

【0047】以上の様に、十分な低温熱処理にて、1mm

m程度の膜厚でも高周波領域にて高電気抵抗率且つ高電波吸収性の超微結晶磁性膜からなる電波吸収体を実現することができた。

【0048】

【発明の効果】以上の様に、本発明によれば、高周波領域における電波吸収特性に優れた超微結晶磁性膜からなる電波吸収体を提供される。

【0049】更に、本発明によれば、セラミックス相を、酸素、窒素及び炭素のうちの少なくとも1つとこれらに対する親和性の高い少なくとも2つのセラミックス相構成元素とから構成することで、高周波領域における電波吸収特性に優れた超微結晶磁性膜からなる電波吸収体を比較的低い温度下で製造できる、かくして有機フィルム等の比較的耐熱性の低い基材上での超微結晶磁性膜電波吸収体の作製が可能となる。

【図面の簡単な説明】

【図1】アニール温度を変化させた場合に得られる磁性

膜の飽和磁化、保磁力及び電気抵抗率の変化を示すグラフである。

【図2】磁性膜のX線回折パターンを示すグラフである。

【図3】超微結晶磁性膜の透磁率の周波数依存性を示すグラフである。

【図4】アニール温度を変化させた場合に得られる磁性膜の飽和磁化、保磁力及び電気抵抗率の変化を示すグラフである。

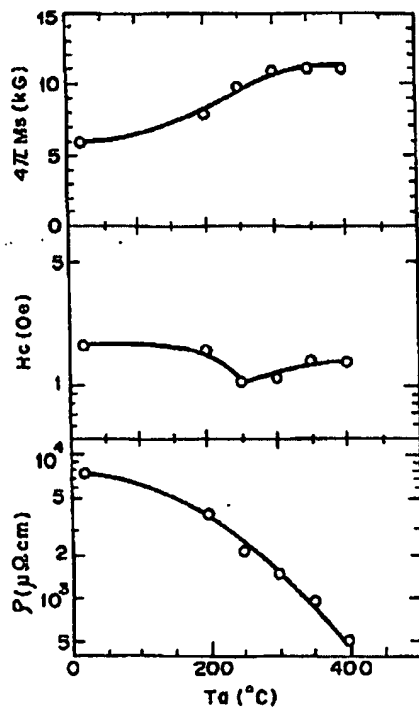
【図5】磁性膜のX線回折パターンを示すグラフである。

【図6】超微結晶磁性膜の透磁率の周波数依存性を示すグラフである。

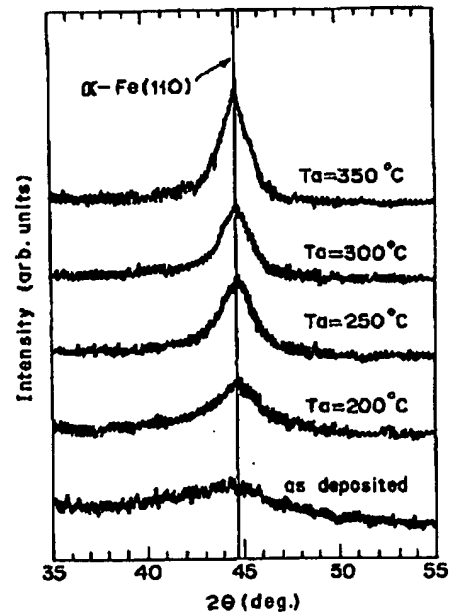
【図7】超微結晶磁性膜の透磁率の周波数依存性を示すグラフである。

【図8】フェライト膜の透磁率の周波数依存性を示すグラフである。

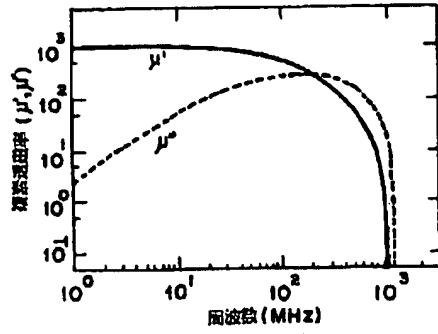
【図1】



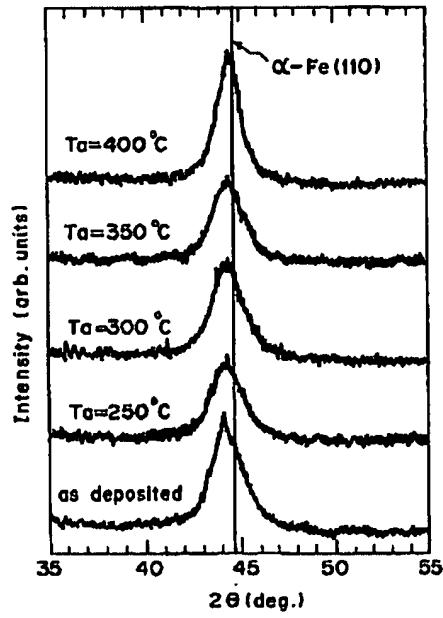
【図2】



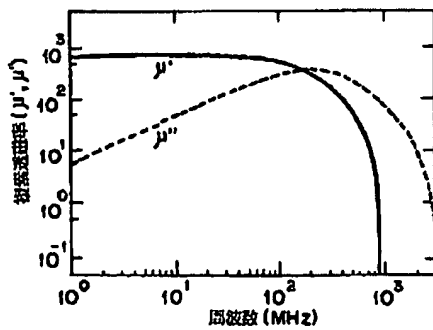
【圖3】



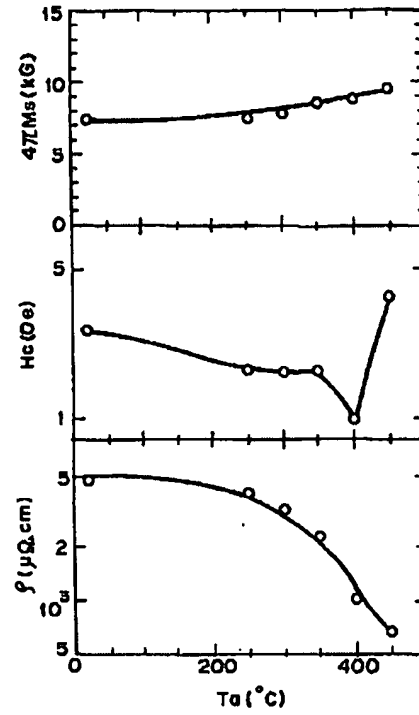
【圖5】



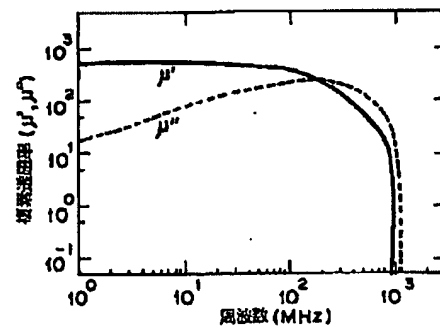
【圖7】



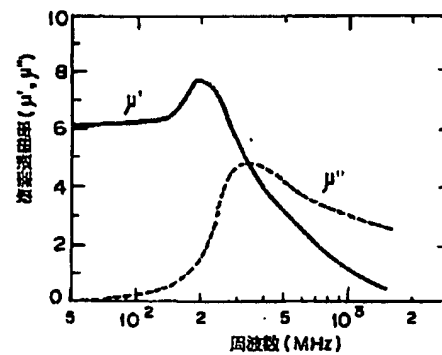
【圖4】



【圖6】



【圖8】



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.